

(19) 世界知的所有権機関  
国際事務局



(43) 国際公開日  
2004 年 4 月 8 日 (08.04.2004)

PCT

(10) 国際公開番号  
WO 2004/029185 A1

(51) 国際特許分類: C11B 7/00, A23D 9/00

(21) 国際出願番号: PCT/JP2003/012446

(22) 国際出願日: 2003 年 9 月 29 日 (29.09.2003)

(25) 国際出願の言語: 日本語

(26) 国際公開の言語: 日本語

(30) 優先権データ:  
特願2002-287928 2002 年 9 月 30 日 (30.09.2002) JP  
特願2003-324787 2003 年 9 月 17 日 (17.09.2003) JP

(71) 出願人 (米国を除く全ての指定国について): 不二製油株式会社 (FUJIOIL COMPANY, LIMITED) [JP/JP]; 〒542-0086 大阪府 大阪市 中央区西心斎橋 2 丁目 1 番 5 号 Osaka (JP).

(72) 発明者; および

(75) 発明者/出願人 (米国についてのみ): 桑原 有司 (KUWABARA, Yuji) [JP/JP]; 〒598-8540 大阪府 泉佐野市 住吉町 1 番地 不二製油株式会社 阪南事業所内 Osaka (JP). 金井 宣晃 (KANAI, Nobuaki) [JP/JP]; 〒598-8540 大阪府 泉佐野市 住吉町 1 番地 不二製油株式会社 阪南事業所内 Osaka (JP). 高橋 利明 (TAKAHASHI, Toshiaki) [JP/JP]; 〒598-8540 大阪府 泉佐野市 住吉町 1 番地 不二製油株式会社 阪南事業所内 Osaka (JP). 山中 祥弘 (YAMANAKA, Yoshihiro) [JP/JP]; 〒598-8540 大阪府 泉佐野市 住吉町 1 番地 不二製油株式会社 阪南事業所内 Osaka (JP).

不二製油株式会社 阪南事業所内 Osaka (JP). 倉盛 宏一 (KURAMORI, Koichi) [JP/JP]; 〒598-8540 大阪府 泉佐野市 住吉町 1 番地 不二製油株式会社 阪南事業所内 Osaka (JP). 乾 佐知子 (INUI, Sachiko) [JP/JP]; 〒598-8540 大阪府 泉佐野市 住吉町 1 番地 不二製油株式会社 阪南事業所内 Osaka (JP).

(81) 指定国 (国内): AE, AG, AL, AM, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BR, BY, BZ, CA, CH, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DK, DM, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, HR, HU, ID, IL, IN, IS, KE, KG, KP, KR, KZ, LC, LK, LR, LS, LT, LU, LV, MA, MD, MG, MK, MN, MW, MX, MZ, NI, NO, NZ, OM, PG, PH, PL, PT, RO, RU, SC, SD, SE, SG, SK, SL, SY, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, YU, ZA, ZM, ZW.

(84) 指定国 (広域): ARIPO 特許 (GH, GM, KE, LS, MW, MZ, SD, SL, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), ユーラシア特許 (AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, RU, TJ, TM), ヨーロッパ特許 (AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HU, IE, IT, LU, MC, NL, PT, RO, SE, SI, SK, TR), OAPI 特許 (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, ML, MR, NE, SN, TD, TG).

添付公開書類:  
— 国際調査報告書

2 文字コード及び他の略語については、定期発行される各 PCT ガゼットの巻頭に掲載されている「コードと略語のガイダンスノート」を参照。

(54) Title: DRY FRACTIONATION METHOD FOR FAT

(54) 発明の名称: 油脂の乾式分別方法

(57) Abstract: It is intended to provide a dry fractionation method for fat whereby the performance for fractionating a fat into a high-melting fraction, a medium-melting fraction and a low-melting fraction can be improved to thereby preventing, in particular, the medium-melting fraction from worsening of the melting properties in the mouth and a decrease in the melting point with the passage of time and, in its turn, improving the melting properties in the mouth of a chocolate product which is produced by using the thus obtained hard butter for chocolates, etc. A method of fractionating a fat wherein a fraction (in particular, a medium-melting fraction) obtained by dry fractionation is efficiently separated from a high-melting fraction and a low-melting fraction mixed therewith. More specifically, a dry fractionation method which comprises heating a crystal fraction containing a large amount of 1,3-disaturated-2-unsaturated triglycerides to thereby melt the 1,3-disaturated-2-unsaturated triglyceride components followed by solid/liquid separation of tri-saturated triglycerides as a crystal fraction, thereby achieving a favorable performance of fractionating 1,3-disaturated-2-unsaturated triglycerides and saturated triglycerides.

(57) 要約: 本発明は油脂を分画して得られる、高融点画分、中融点画分、低融点画分の分画性能を高めることで、特に中融点画分の口溶けや経時的な融点低下を防ぎ、ひいてはこれを使用したチョコレート等のハードバター製品用として、チョコレートの口溶けを良好にする油脂の乾式分画法を提供することを目的とする。油脂を分画する方法において、乾式分別により得られた画分、特に中融点画分中に混在する高融点画分、及び低融点画分を効率よく分離する方法、特に、1, 3 ジ飽和-2 不飽和トリグリセリドを多く含む結晶画分を昇温して 1, 3 ジ飽和-2 不飽和トリグリセリド成分を融解し、トリ飽和グリセリドを結晶画分として固液分離することで、1, 3 ジ飽和-2 不飽和トリグリセリドとトリ飽和グリセリドの分画性能の良好な乾式分別法。

## 明 細 書

## 油脂の乾式分別方法

## 5 技術分野

本発明は油脂の分別工程で得られる結晶画分の分画性能の高い油脂、特にハードバターなどのように常温で固状であり、体温付近で融解する、または液体である油脂に有用な油脂の乾式分別方法に関するものである。

## 背景技術

油脂の代表的な分別方法としては、原料油脂をアルコールやアセトン、ヘキサン等の有機溶剤にて分画する溶剤分別法と溶媒を用いずに行う乾式分別法が知られている。乾式分別法はコストや安全性の面で溶剤分別法より好ましい方法であるが、溶剤分別法に比べて結晶画分と液体画分の分離性能が低く、結晶画分にかなりの液体画分が混入するという問題がある。このため、原油の分画に採用されることはあっても、硬化やエステル交換といった加工工程を経て分子種の多くなった段階でハードバターを得る段階の分別方法として乾式分別は殆ど採用されなかった。一方、溶剤分別法の固液分離

性能は高いが、本発明者の知見によれば、特に連続した融点、近似した分子種をもつ異性化硬化油の分別に関しては、結晶画分の取り残しや液体画分の混入といった問題があり、未だ不十分である。

また、二段の分別工程により油脂の高融点画分および低融点画分を除去し、中融点画分を得ることが知られている。特にパーム油等を異性化硬化した油脂を分別することにより得られた中融点画分は、ココアバター代替脂としてチョコレート<sup>5</sup>の物性改良に使用されている。チョコレート類に使用される油脂はハードバターと言われ、ココアバターや異性化硬化油の他にラウリン系油脂等がある。異性化硬化油から溶剤分別により得られた中融点画分はココアバターやラウリン系油脂と比較して口溶けが概して悪く、シャープな融解曲線を有しない。また、中融点画分は経時的に高融点画分、低融点画分に分離し、口溶けが悪化したり、低温ブルームが生じやすいという欠点がある。これは本発明者の知見によれば、結晶化時に起こる結晶中への液体油の抱き込みや濾過時の分離性能、および近似した融点のトリグリセリドの相互溶解等の影響で分画が不十分であることが原因である。これは、中融点画分に高融点画分・

低融点画分が混入するため、結晶化当初の分子が均一に分散している混晶状態から、融点の近いもの同士が集まる共晶状態に経時的に変化するため、口溶けの悪化や軟化が生じるのではないかとということが推定される。

特に G 2 U を主成分とするハードバターの製造において、それより高融点の成分を、典型的には G G G (G は飽和またはトランス酸型脂肪酸残基)、G G - D G (飽和またはトランス酸型脂肪酸残基を 2 個有するジグリセリド) を効率良く除去することが困難であった。ハードバター中の G G G 含量の多いものをチョコレートに使用した場合、チョコレートの口溶けが悪くなり、また、ハードバター中の G G - D G 含量の多いものをチョコレートに使用した場合、チョコレートの結晶性 (冷却曲線)、テンパリング性に問題が生じる。

上記欠点の改善を目的として吸着剤や結晶改質剤を用い、乾式分別における固液分離効率を高める方法が特開平 4-154897 号公報および特表平 10-511420 号公報に開示されているが、そのような方法は吸着剤処理による油脂分の損失および結晶改質剤の除去が困難であるという問題がある。また、特開平 4-306296 公報では液体脂肪酸を含む固体脂肪酸を融点以下

の温度で加温し、液体成分を発汗させることで、固液分離の効率を高める方法が開示されているが、これは湿潤剤分別法、つまり溶媒使用の分別法である点、及び近似したトリグリセリド間の分離でない点で本発明とは異なるものである。また特開平 6-234695 公報では圧力晶析後に加圧し、次に降圧することにより発汗を行い、更に圧搾を行うことで固液分離効率を高め、高純度の結晶を得る方法を開示しているが、これも脂肪酸の精製法に関するものであって、本発明とは異なるものである。

#### 発明の開示

本発明は油脂を分画して得られる、結晶画分の分画性能を高めることで、特に中融点画分の口溶けや経時的な融点低下を防ぎ、ひいてはこれを使用したチョコレート等のハードバター製品用として、チョコレートの品質を良好にする油脂の乾式分画法を提供することを目的とする。

本発明者らは上記目的を達するために、鋭意研究を行った結果、油脂を分画する方法において、乾式分別により得られた画分、特に中融点画分中に混在する高融点画分、及び低融点画分を効率よく分離する方法、特に、1, 3 ジ飽和

ー 2 不飽和トリグリセリドを多く含む結晶画分を昇温して 1, 3 ジ飽和ー 2 不飽和トリグリセリド成分を融解し、トリ飽和グリセリドを結晶画分として固液分離することで、1, 3 ジ飽和ー 2 不飽和トリグリセリドとトリ飽和グリセリドの分画性能の良好な乾式分別法を見出し、本発明を完成するに至った。

すなわち本発明は、原料油脂を結晶画分 (F) と液体画分 (L) に分画し、結晶画分 (F) を昇温して一部融解した後、当該画分 (F) を固液分離することを特徴とする油脂の乾式分別方法である。液体画分 (L) をさらに結晶画分 (LF) と液体画分 (LL) に分画し、結晶画分 (LF) を昇温して一部融解した後、当該画分 (LF) を固液分離することができ、F 画分から得られた液体画分 (FL) と LF 画分から得られた結晶画分 (LFF) とを混合して中融点画分とすることができる。また、F 画分または LF 画分の一部を融解する昇温をしたのち、かつ当該画分を固液分離する前に、降温処理または、昇温と降温処理、並びに要すれば結晶画分の分取を反復して、各工程で分画乃至固液分離される結晶画分と液体画分の重量比率が 8 ~ 2 / 2 ~ 8、好ましくは 7 ~ 3 / 3 ~ 7、及び各分画の工程により得られる結晶画分中に

残存する液体成分が分画温度において 15 重量%以下、好ましくは 10 重量%以下となるように実施することが適している。また、結晶画分 (F) が G 2 U 及びこれより高融点のグリセリドを含有することが好適であり、結晶画分 (F) が G 2 U 及び G U 2 を含有する原料油脂を晶析・固液分離することにより、G 2 U の濃縮された結晶画分 (F) と G U 2 の濃縮された液体画分 (L) とに分画して得ることができる。

但し、G は飽和またはトランス酸型脂肪酸残基、U はシス型不飽和脂肪酸残基であって、G 2 U は G 残基が 2 個、U 残基が 1 個結合したトリグリセリド、G U 2 は G 残基が 1 個、U 残基が 2 個結合したトリグリセリド。この G 2 U が 1、3 - ジ飽和 - 2 - 不飽和トリグリセライドで、飽和脂肪酸残基の炭素数が 16 個から 22 個であることが好ましい。原料油脂が植物バター、エステル交換反応油もしくはそれらを分別して得られた結晶画分、または異性化硬化油脂で、異性化硬化油のトランス酸含量が 30 % 以上の油脂の乾式分別方法を骨子とするものである。

#### 図面の簡単な説明

図 1 は、乾式分画の流れ図である。

図 2 は、温度サイクル工程を経た実施例 1 の結晶画分（F F）結晶画分の D S C 測定結果の図である。

5 発明を実施するための最良の形態

以下本発明の実施の形態について説明する。  
本発明の原料油脂は、植物バター、エステル交換反応油もしくはそれらを分別して得られた結晶画分、または異性化硬化油脂のものが好ましい。  
10 植物バターとしては、例えば、パーム油、大豆油、ナタネ油、コーン油、綿実油、ヒマワリ油、ヤシ油、シア脂など植物性油脂が挙げられる。上記油脂類の単独、または混合油脂、あるいはそれらの部分、及び全水添、エステル交換  
15 などを施した G 2 U 及び G U 2 を含有する油脂を使用することが好ましく、G 2 U の結晶化温度よりも低く、G U 2 の結晶化温度よりも高い範囲で晶析・固液分離することにより、G 2 U の濃縮された結晶画分（F）と G U 2 の濃縮された液体画分（L）に分画し、得られた結晶画分（F）を使用する。結晶画分（F）は溶剤分別で得たものでも良いが、乾式分別で得た結晶画分（F）の方が製造設備上、溶剤除去不要であり簡単に得ることが出来る。

25 また、原料油脂として用いた場合の異性化硬



化油とは、油脂を水素添加（硬化）する際に、シス型不飽和脂肪酸をトランス型不飽和脂肪酸に異性化すること、或いは、高度不飽和脂肪酸がモノ不飽和脂肪酸に水素添加される際に得られる油脂をさす。例えば、天然のオレイン酸はシス型であるが、トランス型になったオレイン酸はエライジン酸であり、融点はオレイン酸が約 10℃であるのに対し、エライジン酸は約 45℃と高くなる。つまり、異性化硬化により分子種も増え組成も複雑になるが、トランス体はシス体の脂肪酸よりも飽和脂肪酸に近い構造をとり、融点も高くなるためシャープな融解曲線を有する油脂を作製することができる。異性化硬化油のトランス酸含量は 30% 以上が好ましく、30% 未満ではシャープな融解曲線を有する油脂として得る中融点画分の収量を期待し難い。このトランス酸含量の測定法は AOCS official Method Ce 1c-89 に準ずる。

G 2 U は、G は飽和またはトランス酸型脂肪酸残基、U はシス型不飽和脂肪酸残基を言い、2つの飽和またはトランス酸型脂肪酸残基と1つのシス型不飽和脂肪酸残基が結合したトリグリセリドで、これより高融点のグリセリドとしては、G G G、すなわち3つの飽和またはトランス酸型脂肪酸残基が結合したトリグリ

セリド、例えば、1, 3-ジステアロー-2-パ  
ルミトイルグリセリド (S t P S t) 及び G G  
- D G、すなわち 2 つの飽和またはトランス酸  
型脂肪酸残基が結合したジグリセリド、例えば、  
5 1, 2-ジステアロイルグリセリド (S t S t  
- D G) である。G 2 U 及びこれより高融点の  
グリセリドを含有する油脂で、例えば G 2 U が  
主成分で、含有量としては 60 重量% 以上のも  
ので、高融点のグリセリド (G G G + G G - D  
10 G) が 1 重量% 以上のものを言い、G 2 U の T  
y p e としては、G U G 型、G G U 型が挙げら  
れる。

G 2 U を主成分とし、高融点のグリセリドを  
少量含有する油脂から高融点のグリセリドを  
15 分画する方法としては、溶剤分別法で溶媒に油  
脂を加温溶解後、冷却して結晶を析出させて分  
画する方法が、または、乾式分別法で油脂を加  
熱完全融解後、冷却して結晶析出させて分画す  
る方法が考えられる。しかしながら、高融点の  
20 グリセリドの含有量が主成分の含有量に対し  
て少量の場合、いずれの分別法においても、高  
融点のグリセリドを特異的に結晶析出させる  
ことは非常に困難であるが、本発明の主成分を  
含め油脂を固化したものを昇温して一部融解  
25 する方法では、主成分と高融点のグリセリドの

持つ液体画分に対する溶解度の差を利用することで容易に高融点のグリセリド以外を融解させ、主成分中から少量の高融点のグリセリドを分離することが出来る。

5 乾式分別は油脂を有機溶剤や水溶液等の溶媒を用いずに調温して固液分離し、原料油脂と硬さ、融点の異なる油脂を生成成分画させ、物性の多様化や応用の拡大が図れる。固液分離とは結晶画分から液体画分を分離することであつて、結晶画分中に一部液体画分が残存することは構わない。元来、中融点画分は、分別により結晶画分と液体画分が得られ、次に液体画分を更に分画することで得られる高融点画分であるのが通常であり、チョコレートやコーティング  
10 グ用等のハードバターへの使用が代表的である。そのため体温付近の融点を有するように中融点画分を分画することで、チョコレート等のハードバターとして口溶けがよく、利用価値の高い油脂として用いられる。

20 結晶画分（F）は、ハードバターとして使用することが出来るが、G 2 U 及びこれより高融点のグリセリド（G G G、及び G G - D G）を含有しており、この G G G、及び G G - D G はハードバターの機能を低下させる傾向がある。  
25 そこで、次に結晶画分を昇温して一部融解する

ことにより、高融点のグリセリドを結晶側に残存濃縮して固液分離する。

5 固体の融解されていない結晶画分を昇温して一部融解するには、結晶画分を出来るだけ均一に G 2 U を融解するが、それより高融点のグリセリドは融解しない温度に昇温する。均一に昇温させる方法には、例えば外気温度を目的の温度に設定した空間に結晶画分を一定時間以上静置する方法がある。この場合、結晶画分 (A F) を粗砕、または解砕することで結晶画分 (A F) の表面積が大きくなり、均一に昇温する時間を短縮することが出来る。また、攪拌を伴うと更に均一昇温は良好となる。

15 固液分離を行う際、調温物は静置でも攪拌でもよいが、攪拌を行う場合は結晶を崩さない程度の回転数で行うことが望ましい。本発明の各分画工程を図 1 に例示する。工程 (1) で、原料油脂を結晶画分 (F) と液体画分 (L) に分画する。工程 (2) で、液体画分 (L) をさらに結晶画分 (L F) と液体画分 (L L) に分画して、高融点画分、中融点画分、低融点画分を得る方法において、F 画分中に残存する液体画分 (F L)、または L F 画分中に残存する液体画分 (L F L) を除いた結晶画分 (L F F) を  
20 混合して中融点画分を得る方法である。本発明  
25

の分画工程時、結晶画分と液体画分の重量比率が 8 ~ 2 / 2 ~ 8、好ましくは 7 ~ 3 / 3 ~ 7 になるようにする。結晶画分の重量比率が 8 割を超える場合は、結晶画分中の液体画分が分離し難く、または液体画分の重量比率が 8 割を超える場合は、液体画分中で結晶画分が相互溶解により結晶化し難く、分画することが容易ではない。

この発明において工程（１）で得られた結晶画分（F）、または、工程（２）で得られた液体画分（L）は、各画分の一部を融解する昇温をして固液分離させるものである。各画分の一部のみを融解する昇温すると、F 画分の場合、F 画分中の結晶画分（FF）が固体として、また F 画分中の液体画分（FL）が液体として固液分離される。これを分画することで、各画分中の他の画分の残存率を低下させることができる。また、LF 画分の場合も同様の処理をすることで各画分中の他の画分の残存率を低下させることができる。各画分の工程により得られる結晶画分中に残存する液体成分は 15 重量％以下となるまで、好ましくは 10 重量％以下となるまで固液分離することが好適である。各画分中の他の画分の残存率、特に中融点画分中の高融点画分、及び低融点画分の残存率を低

下させることで、中融点画分をチョコレート等のハードバター製品として、チョコレートの口溶け、及びチョコレートの経時的軟化を防ぐことができる。各画分の工程により得られる結晶画分中に残存する液体成分は15重量を超えると、チョコレートの口溶け、及びチョコレートの経時的軟化の防止効果が低下してしまう。

結晶画分（F）、または結晶画分（LF）の各画分の一部を融解する昇温をして固液分離する方法は、分画した結晶の一部のみが融解する状態に昇温させることで液体成分を新たに生成させ、圧搾濾過、吸引濾過等の方法で分画する。特に、原料油脂が異性化硬化油の場合は、エライジン酸が生じたため多種の分子種を有しており、F画分、またはLF画分の一部を融解する昇温をしたのち、当該画分を固液分離する前に降温処理を実施するとより分画性能を高めることができる。一部を融解する昇温、及び当該画分を固液分離する前に降温処理する温度サイクルとしては、例えば、1日1サイクル、下限温度に11.5時間保持し、0.5時間で上限温度まで昇温した後、11.5時間上限温度に保持し、次に0.5時間で下限温度に降温する等あるが、上限、下限温度に充分晒される時間保存できればよく、1周期時間は例え

ば、数 10 分～数日で実施でき、特には限定されない。

サイクルを実施する場合の上限、下限温度は、例えば D S C（示差走査熱量計）により決定することができる。例えば、上限温度は結晶画分（F）（融解せずに結晶のまま D S C にてピーク温度を確認する）に含まれる高融点画分ピークの温度とし、下限温度は求める中融点画分の融点（チョコレート等のハードバター製品として約 35℃）とする。また、結晶画分（L F）の上限温度は、融解せずに結晶のまま D S C にてピーク温度を確認した結晶画分（L F）に含まれる中融点画分ピークの温度とし、下限温度はチョコレートの軟化要因となる成分の融点とする。上限、下限温度は、各画分中に残存する他の画分の融点に合わせて設定することで、分画性能が高くなっていくものである。

異性化硬化油の場合は、温度サイクルは 1 回以上行うのが好ましく、その好ましい回数も D S C の結果から判断することができる。すなわち、サイクル後分離分画を行った結晶に再度同条件の温度サイクルをかけるかの判断は、D S C を測定することにより可能である。図 2 に示す分画後のピークにおいて下限温度以下のピーク面積（A）比率が分画後のピーク面積全体

(A + B) に対して 15 % 以下 ( $(A \div (A + B)) \times 100 \leq 15$  を満たす) であれば再度分画する必要はないが、15 % を超えるようであれば繰り返して温度サイクルにより 15 % 以下になるまで昇温と降温処理、並びに要すれば分離分画することが好ましい。また、さらに好ましくは、10 % 以下となるよう分画することがよい。15 % を超えるものは、チョコレート等のハードバター製品として中融点画分を使用した場合、チョコレートの口溶けが悪化し、チョコレートの経時的軟化の問題も解消し難い。

昇温、降温処理、並びに結晶画分の分取は、結晶画分中の残存する液体成分が 15 重量 % 以下になるまで反復することが好ましい。特に、降温処理を行った際は、当該画分を降温処理の環境温度に保存後 (2 時間以上保存が好ましい)、圧搾濾過にて分画を行うことができる。圧搾濾過とは圧力をかけて結晶画分から液体画分を分画する方法であり、フィルタープレスもこれに含まれる。圧力は結晶量にあわせて適宜調節すればよい。

また、結晶画分を昇温して一部融解させることにより、高融点のグリセリドが結晶側に濃縮し、それを固液分離することで、この高融点のグリセリドを分画することが出来る。結晶画分



中の G 2 U が 1 , 3 - ジ飽和 - 2 - 不飽和トリ  
グリセライド ( S U S : S = 飽和脂肪酸残基、  
U = シス型不飽和脂肪酸残基 ) である場合、 S  
U S と S S S 及び S S - D G を従来の乾式分  
5 別法、すなわち全部を融解後、冷却、固化によ  
り分画することは非常に困難であった。従来の  
乾式分別法で、結晶画分を全部融解後、冷却し  
て高融点のグリセリド ( S S S ) を析出させて  
固液分離した場合、 S U S が経時的に結晶析出  
10 し、液体側に品質の低下、収率の低下、及びフ  
ィルタープレスによる固液分離が困難となる。

S U S の飽和脂肪酸残基 ( S ) としては、炭  
素数が 16 個から 22 個のもの ( C 16 : パル  
ミチン酸、 C 18 : ステアリン酸、 C 20 : ア  
15 ラキジン酸、 C 22 : ベヘン酸 ) で、シス型不  
飽和脂肪酸残基 ( U ) としては、二重結合の数  
には限定されないが、特には、二重結合の数が  
1 個のオレイン酸が好ましい。 S U S としては、  
1 , 3 - ジステアロ - 2 - オレオイルグリセラ  
20 イド ( S t O S t )、1 , 3 - ジパルミトイル  
- 2 - オレオイルグリセライド ( P O P )、1  
- パルミト , 3 - ステアロ - 2 - オレオイルグ  
リセライド ( P O S t ) が挙げられる。昇温温  
度は G 2 U を融解するが、それより高融点のグ  
25 リセリドは融解せず、両者が固液分離できるよ

うな昇温を行う。また、グリセリドの分子種に応じた昇温を行えば良く、例えば、S t O S t の場合、昇温して一部融解させる温度は、40℃～45℃が適する。40℃未満の場合、S t O S t 成分も固化して固液分離することが困難であり、45℃を越えると、全てが融解しやすくなる。昇温する場合、更に42℃～44℃の範囲で作業すると、S t O S t 成分とこれより高融点のグリセリドの分離性能を高くすることができる。また、P O P を多く含む油脂の場合は、27℃～30.5℃が適している。

昇温温度が低くなると結晶画分（F）の融解する度合が小さくなり、高融点のトリグリセリドが多く除去され、G 2 U が濃縮された結晶画分の収率が低下する傾向がある。また、昇温温度が低いと、圧搾時間が長くなり、及び品質においても高融点（G G G、及びG G - D G）の分離性能が低下する傾向がある。昇温温度が低すぎると、G 2 U を融解せず固液分離が困難となる。昇温温度が高くなると、融解する結晶画分（A F）が多くなるため収率は高くなるが、高融点のトリグリセリドが融解してしまうため、品質において高融点（G G G、及びG G - D G）の分離性能が低下する傾向がある。

本発明の中融点画分は、チョコレート等のハ

ードバター製品として使用することができる。  
ハードバター製品として使用する場合の中融  
点画分の融点は30℃～35℃が好ましい。

また、異性化硬化油を原料とした中融点画分の  
5 ハードバター製品は、ノーテンパリング型チョコ  
コレートに用いられることができ、板状チョコ  
コレート、ビスケット等の焼き菓子へのコーティ  
ングチョコレート等に利用できる。本発明の中  
融点画分を使用した板状チョコレート、コーテ  
10 イングチョコレート等は良好な口溶けを有し、  
経時的軟化の起こらないものを得ることがで  
きる。

昇温操作後の固液を分画する方法は、圧搾、  
吸引濾過、自然濾過、遠心分離等、固体と液体  
15 を分離する方法であれば、特に限定はされない  
が、求める結晶画分、液体画分の収率、及び品  
質を考慮すると圧搾方法が好ましい。圧搾の際  
の圧力（圧搾）度合は、結晶画分と液体画分が  
分画され、結晶画分が圧力によって融解しない  
20 よう調整すれば良く、特に限定はない。また、  
分画する際のフィルターのメッシュ度合につ  
いても、結晶画分の粒径に合わせて選択すれば  
良く、特に限定されない。

## 25 実施例

以下本発明を実施例により具体的に説明するが、本発明の実施例はこれに限られるものではない。

#### 実施例 1

5 油脂としてパームオレインを用い、異性化硬化処理を行って、トランス酸を40.3%含有する異性化硬化パーム油（IV=52.9）を得た。異性化硬化処理は、水素圧0.2KG/cm<sup>2</sup>、温度200℃、硬化触媒にメチオニンを使用して行った。異性化硬化パーム油を60℃  
10 で完全融解した後、23rpmで攪拌させながら25℃に12時間放置し、吸引濾過にて分画を行い、結晶画分（F）と液体画分（L）を得た。結晶画分（F）の収率は54%だった。

15 この結晶画分をDSC測定（サンプル量：10mg、測定温度：0℃～60℃、昇温速度：5℃/min、測定装置：SHIMADZU DSC50）を行った結果から、温度サイクル（35℃～45℃）の環境下において、1日1サイ  
20 クル（下限温度に11.5時間保存し、0.5時間で上限温度まで昇温した後、11.5時間上限温度に保存し、次に0.5時間で下限温度に降温する）を行った後、下限温度で結晶画分を2時間以上保存した後、35℃で圧搾濾過を行  
25 い、中融点画分量の減少した高融点画分の結晶

画分（F F）と液体画分（F L）が得られた。次に液体画分（L）を60℃で完全融解した後、23 rpmで攪拌させながら15℃に12時間放置し、吸引濾過にて分画を行い、結晶画分（L F）と液体画分（L L）を得た。結晶画分の収率は60%だった。同様にDSC測定結果から、温度サイクル（18℃～28℃）の環境下において、1日1サイクル行った後、18℃で圧搾濾過を行い、低融点画分量の減少した中融点画分の結晶が得られた。温度サイクルは2回行った。最初に得られた液体画分（F L）と次に得られた結晶画分（L F）を混合したものを中融点画分とした。得られた高融点画分（F F）、中融点画分（F L + L F）、低融点画分（L L）の収率は順に26%、43%、31%であった。

比較例 1

実施例 1と同様の原料を60℃にて完全融解させた。原料油脂：N-ヘキサン＝1：4（重量比）の割合で混合し、5℃まで冷却した後分離分画を行い、結晶画分（高融点画分）と液体画分を得た。次に分画した液体画分を-23℃まで冷却した後分離分画を行い、結晶画分（中融点画分）と液体画分（低融点画分）を得た。得られた高融点画分、中融点画分、低融点画分の収率は順に20%、55%、25%であった。

## 比較例 2

実施例 1 と同様の原料を 60℃ にて完全融解させた。原料油脂：N-ヘキサン = 1：4（重量比）の割合で混合し、0℃ まで冷却した後分離分画を行い、結晶画分と液体画分を得た。

次に分画した液体画分を -19℃ まで冷却した後分離分画を行い、結晶画分と液体画分を得た。得られた高融点画分、中融点画分、低融点画分の収率は順に 40%、28%、32% であった。

## 比較例 3

実施例 1 と同様の原料を 60℃ にて完全融解させた。これを 23 rpm で攪拌させながら 34℃ に 12 時間放置し、吸引濾過にて分画を行い、結晶画分と液体画分を得た。次に液体画分を 60℃ で完全融解し、液体画分：低融点画分（実施例 1 で得られたもの） = 2：3（重量比）の割合で混合し、23 rpm で攪拌させながら 20℃ に 12 時間放置し、吸引濾過にて分画を行い、結晶画分と液体画分を得た。得られた高融点画分、中融点画分、低融点画分の収率は順に 23%、47%、30% であった。

実施例 1、比較例 1、2、3 より得られた中融点画分を温度サイクル（17℃～30℃、25℃～35℃）のかかる環境下において、1 日

1 サイクルで昇温と降温を行った後、5℃に冷却したサンプルにつき、DSCにて中融点画分に混在する高融点画分および低融点画分の重量比率を確認した。結果は表1に示すとおりであり、実施例1の中融点画分に混在する高融点部、低融点部量は比較例1, 2, 3に比べて少ないものであった。

表 1

中融点画分に混在する高融点部量、低融点部量の比較

	実施例 1	比較例 1	比較例 2	比較例 3
高融点部量	—	15.3	—	24.2
中融点部量	88.8	68.6	87.9	59.9
低融点部量	11.2	16.1	12.1	15.9

\*高融点部量：35℃以上にピークを有する部分の全体に対する面積比

\*中融点部量：18℃～35℃までにピークを有する部分の全体に対する面積比

\*低融点部量：18℃未満にピークを有する部分の全体に対する面積比

10 上記、実施例1、比較例1、比較例2、比較例3の中融点画分を用いて表2の配合にて常法に従ってそれぞれチョコレート生地を調製した。45℃でモールドに型流しし、5℃、30分冷却して、チョコレートを得た。その後、

15 1週間、20℃保存後、官能評価（口溶け）と耐ブルーム性テストを行った。耐ブルーム性テストは1日1サイクル（17℃～30.5℃）変化する環境下でブルーム発生の状態を確認した。結果は表3に示すとおりであり、また実施例1の中融点画分は溶剤分別により得られ

20

た比較例 1、2、3 と比べて明らかに口溶けの良好なものであった。

表 2

チョコレート配合	(重量部)
カカオマス	9. 0
ココアパウダー	2. 3
全脂粉乳	7. 0
脱脂粉乳	7. 0
粉糖	46. 7
中融点画分	28. 0
レシチン	0. 4

5 表 3

チョコレートの口溶けおよび耐ブルーム性

	実施例 1	比較例 1	比較例 2	比較例 3
口溶け	◎	△	○	△
耐ブルーム性 (4 日目)	—	—	—	—
耐ブルーム性 (10 日目)	—	—	—	—
耐ブルーム性 (20 日目)	—	—	—	—
耐ブルーム性 (30 日目)	—	—	—	—
耐ブルーム性 (60 日目)	—	—	—	—
耐ブルーム性 (90 日目)	—	+	—	+
耐ブルーム性 (120 日目)	+	+	+	+

\* 口溶け：◎優れる、○良好、△やや劣る

\* 耐ブルーム性：—良好、+ブルーム発生

以上の結果から原料油脂を分画する工程において、高融点画分、中融点画分、低融点画分の分画性能を高めることで、特に中融点画分を使用したチョコレート等のハードバター製品



として、チョコレート的人口溶けを良好にする油脂を作製することができた。

G 2 U 及び G U 2 を含有する油脂の製造

5        ステアリン酸エチルエステルとハイオレイ  
      ックヒマワリ油に 1, 3 位特異性を有するリパ  
      ーゼを触媒としてエステル交換反応を行い、そ  
      の後エチルエステルを蒸留除去しエステル交  
      換反応油を調製した。このエステル交換反応油  
10        ( S t O S t ・ S t O O ・ S t S t S t 等を含  
      む) を 5 0 ℃ 以上で完全融解後、2 3 ℃ で固化  
      させ ( 品温 2 3 ℃ )、圧搾濾過により固液分離  
      し、結晶画分 ( 収率 5 0 % ) を得た。結晶画分  
      の S t O S t、S t O O、S t S t S t、S t  
      S t - D G の含有量を下記に示す。成分分析は  
15        高速液体クロマトグラフィーにて行った。

表 4

	StOSt	StOO	StStSt	StSt-DG
結晶画分	68. 2%	8. 9%	1. 6%	1. 4%

## 実施例 2

20        上記 2 3 ℃ で固化させた結晶画分を粗砕し  
      た後、結晶画分全量を溶解槽に入れて加熱融解  
      させた。溶解槽は、W 3 8 0 m m × L 3 8 0 m  
      m × H 4 0 0 m m のステンレス槽の内部に加熱  
      コイルを備えたもので、コイル内部に一定温度

の温水を循環出来る構造のものを使用した。結晶画分が 43.0℃の温度になるまで昇温させた後、攪拌（30rpm）をしながら、一定時間（約120分）保持を行い、フィルタープレスにて圧搾濾過し、固液分離を行い、高融点のグリセリドが濃縮された結晶側を除去した液体側を得た。液体側の高融点のグリセリド、並びに代表的 G2U, 及び GU2 の組成（重量％）組成を表2に示す。

結晶画分が 40.5℃の温度になるまで昇温させたこと以外は、実施例1と同様に固液分離を行い、高融点のグリセリドが濃縮された結晶側を除去した液体側を得た。液体側の高融点のグリセリド、並びに代表的 G2U, 及び GU2 の組成（重量％）組成を表2に示す。

#### 実施例 4

結晶画分が 44.5℃の温度になるまで昇温させたこと以外は、実施例1と同様に固液分離を行い、高融点のグリセリドが濃縮された結晶側を除去した液体側を得た。液体側の高融点のグリセリド、並びに代表的 G2U, 及び GU2 の組成（重量％）組成を表2に示す。

#### 比較例 4

結晶画分が 39.0℃の温度になるまで昇温させたこと以外は、実施例1と同様に固液分離

を行い、高融点のグリセリドが濃縮された結晶側を除去した液体側を得た。液体側の高融点のグリセリド、並びに代表的 G 2 U , 及び G U 2 の組成（重量％）組成を表 2 に示す。

## 5 比較例 5

結晶画分が 46.0℃の温度になるまで昇温させたこと以外は、実施例 1 と同様に固液分離を行い、高融点のグリセリドが濃縮された結晶側を除去した液体側を得た。液体側の高融点のグリセリド、並びに代表的 G 2 U , 及び G U 2 の組成（重量％）を表 2 に示す。

表 5

液体側組成

	実施例 1	実施例 2	実施例 3	比較例 1	比較例 2
昇温温度	43.0℃	40.5℃	44.5℃	39.0℃	46.0℃
StSt-DG	0.7	0.8	0.9	—	1.4
StStSt	0.6	0.6	0.8	—	1.6
StOSt	69.2	69.5	68.5	—	68.2
StOO	8.5	8.6	8.7	—	8.9

比較例 4 では、昇温温度が低く固液分離できなかった。また、比較例 5 では昇温温度が高く、完全融解し、固液分離できなかった。

実施例 2、3、4 は、高融点のグリセリドの分画が良好に出来た。

チョコレートテスト

上記の実施例 2～4、及び比較例 5 を用いて

チョコレートを作成し、口溶け等の品質を確認した。チョコレートは定法に従って作成した。

チョコレート配合	(重量部)
カカオマス	15.0
全脂粉乳	20.0
粉糖	45.0
検討油脂	20.0
レシチン	0.4
バニリン	0.02

\*検討油脂 : 結晶画分（実施例2～4、及び比較例5）/パーム分別油 = 45 / 55

チョコレートのモールド成型品を20℃、1週間保存後、5人のパネラーにて官能評価を行った。結果を表6に示す。

表6

テスト品	官能評価	
	噛み出し	口溶け
実施例 1	◎	◎
実施例 2	○	○
実施例 3	○	○
比較例 2	△	×

評価 : ◎～○ 良好    △ やや不良    × 不良

#### 実施例 5

パーム油から乾式分別法において得られた  
パーム中融点画分（PMF：POP含量46.5%、PPP含量1.31%）に含有する高融  
5 点のグリセリド（PPP：トリパルミテイトグリセロール）の分画を行った。分画方法は次の通りである。冷却固化させたPMFを粗砕した後、溶解槽に入れて加熱融解させた。加熱融解  
10 に使用した溶解槽は、ステアリン酸エチルエステルとハイオレックヒマワリ油に1,3位特異性を有するリパーゼを触媒としてエステル交換反応に使用したものを用いた。PMFが29.0℃の温度になるまで昇温させた後、一定  
15 時間（約1時間）保持を行い、フィルタープレスにて圧搾濾過し、固液分離を行った。液体側に含まれるPOP、及びPPPの組成（重量%）を表7に示す。

## 実施例 6

P M F が 2 9 . 1 ° C の 温 度 に な る ま で 昇 温 さ  
せたこと以外は、実施例 4 と同様固液分離を行  
い、高融点のグリセリドが濃縮された結晶側を  
5 除去した液体側を得た。液体側に含まれる P O  
P、及び P P P の組成(重量%)を表 7 に示す。

## 実施例 7

P M F が 3 0 . 0 ° C の 温 度 に な る ま で 昇 温 さ  
せたこと以外は、実施例 4 と同様固液分離を行  
10 い、高融点のグリセリドが濃縮された結晶側を  
除去した液体側を得た。液体側に含まれる P O  
P、及び P P P の組成(重量%)を表 7 に示す。

## 比較例 6

P M F が 2 6 . 5 ° C の 温 度 に な る ま で 昇 温 さ  
15 せたこと以外は、実施例 4 と同様固液分離を行  
い、高融点のグリセリドが濃縮された結晶側を  
除去した液体側を得た。液体側に含まれる P O  
P、及び P P P の組成(重量%)を表 7 に示す。

## 比較例 7

20 P M F が 3 0 . 7 ° C の 温 度 に な る ま で 昇 温 さ  
せたこと以外は、実施例 4 と同様固液分離を行  
い、高融点のグリセリドが濃縮された結晶側を  
除去した液体側を得た。液体側に含まれる P O  
P、及び P P P の組成(重量%)を表 7 に示す。

25 表 7

	実施例4	実施例5	実施例6	比較例3	比較例4
昇温温度	29.0℃	29.1℃	30.0℃	26.5℃	30.7℃
POP	46.4	46.3	46.3	44.2	46.4
PPP	0.57	0.49	0.85	0.58	1.18

実施例 5 ～ 7 は、P P P 含量が 1 . 0 % 以下となり、高融点のグリセリドを分画することが出来た。比較例 3 は、P P P 含量は 1 . 0 % 以下となったが、昇温温度が低いために P O P 画分も結晶側に融解されずに残り、液体側の P O P 含量が減少した。また、26.5℃では P M F の粘度が高く、圧搾濾過が充分に出来なかった。

#### 10 比較例 8

実施例 2 で用いたのと同じエステル交換反応油（S t O S t、S t O O、S t S t S t 等を含む）を 50℃以上で完全融解後、23℃で固化させ（品温 23℃）、圧搾濾過により固液分離して得た結晶画分（収率 50%）を従来の乾式分別法に準じて 70℃で完全融解した後、15 r p m の攪拌をしながら 1 時間で品温が 38℃になるまで冷却を行った。その後、1 時間保持し、更に 30 分で品温を 31℃まで冷却した。品温を 31℃で 2 時間保持した後、品温を 39℃まで加熱し、39℃で 1 時間保持後、遠心分離（1800 G、5 分間）により固液分

離で高融点のグリセリドを分離した。フィルタープレスで固液分離したところ、目詰まりして運転困難であった。分離後の液体側の高融点のグリセリド、並びに代表的 G 2 U , 及び G U 2 の組成（重量％）の結果を表 8 に示す。

表 8

	比較例 5
StSt-DG	0. 8
StStSt	0. 9
StOSt	68. 5
StOO	8. 7

比較例 8 は、高融点のグリセリド（S t S t - D G 、及び S t S t S t ）の分離は含有量の点から実施例 1 ～ 3 と同等の除去が出来ているが、比較例 5 の分離作業上、遠心分離による固液分離している間、経時的に結晶の析出が起こり、液体側の収率が実施例 2 ～ 4 に比べ、3 割程度低くなった。

#### 産業上の利用可能性

以上のように、油脂の乾式分別方法において、結晶画分を昇温して一部融解した後、固液分離



5 することで、結晶画分の分画性能を高めることが出来、特に中融点画分の口溶けや経時的な融点低下を防ぎ、ひいてはこれを使用したチョコレート等のハードバター製品用として、品質の  
10  
15  
20  
25 良好なチョコレートを得ることが出来る。

## 請求の範囲

1. 原料油脂を結晶画分（F）と液体画分（L）  
5 に分画し、結晶画分（F）を昇温して一部融解した後、当該画分（F）を固液分離することを特徴とする油脂の乾式分別方法。
2. 液体画分（L）をさらに結晶画分（LF）と液体画分（LL）に分画し、結晶画分（L  
10 F）を昇温して一部融解した後、当該画分（LF）を固液分離する請求項1記載の分別方法。
3. F画分から得られた液体画分（FL）とLF画分から得られた結晶画分（LFF）と  
15 を混合して中融点画分とする請求項2記載の分別方法。
4. F画分の一部、またはLF画分の一部を融解する昇温をした後、かつ当該画分を固液分離する前に、降温処理を実施する請求項  
20 1、又は2記載の分別方法。
5. 昇温と降温処理、並びに要すれば結晶画分の分取を反復する請求項4記載の分別方法。
6. 各工程で分画乃至固液分離される結晶画  
25 分と液体画分の重量比率が8～2／2～

8 である請求項 1、又は 2 記載の分別方法。

7. 結晶画分と液体画分の重量比率が 7 ~ 3 / 3 ~ 7 である請求項 6 記載の分別方法。

5 8. 各分画の工程により得られる結晶画分中に残存する液体成分が分画温度において 15 重量 % 以下である請求項 1、又は 2 記載の分別方法。

10 9. 各分画の工程により得られる結晶画分中に残存する液体成分が分画温度において 10 重量 % 以下である請求項 8 記載の分別方法。

15 10. 結晶画分 (F) が G 2 U 及びこれより高融点のグリセリドを含有する請求項 1 記載の分別方法。但し、G は飽和またはトランス酸型脂肪酸残基、U はシス型不飽和脂肪酸残基であって、G 2 U は G 残基が 2 個、U 残基が 1 個結合したトリグリセリド。

20 11. 結晶画分 (F) が G 2 U 及び G U 2 を含有する原料油脂を晶析・固液分離することにより、G 2 U の濃縮された結晶画分 (F) と G U 2 の濃縮された液体画分 (L) とに分画して得た結晶画分 (F) である、請求項 1、又は 10 記載の分別方法。

15 但し、G は飽和またはトランス酸型脂肪酸残基、U はシス型不飽和脂肪酸残基であっ

て、G U 2 は G 残基が 1 個、U 残基が 2 個結合したトリグリセリド。

1 2 . G 2 U が 1、3-ジ飽和-2-不飽和トリグリセライドである請求項 1 0、又は 1 1 記載の分別方法。

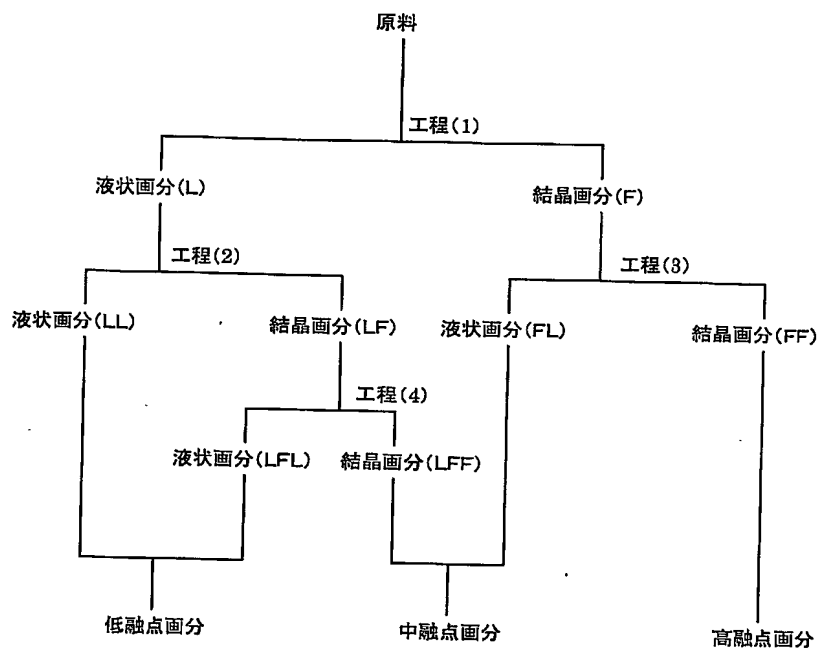
1 3 . 飽和及び不飽和脂肪酸残基の炭素数が 1 6 個から 2 2 個である請求項 1 2 記載の分別方法。

1 4 . 原料油脂が植物バター、エステル交換反応油もしくはそれらを分別して得られた結晶画分、または異性化硬化油脂である請求項 1、又は 1 1 記載の分別方法。

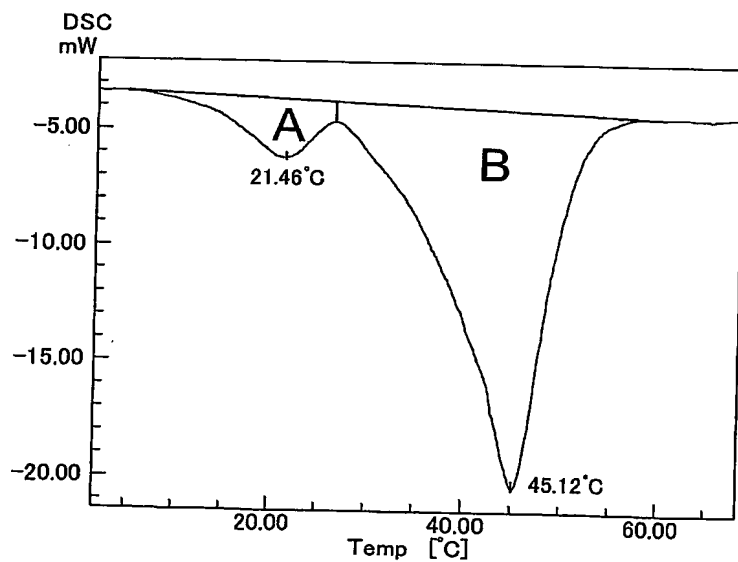
1 5 . 原料油脂がトランス酸含量 3 0 % 以上の異性化硬化油である請求項 1、又は 1 1 記載の分別方法。

1/1

第1図



第2図



# INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP03/12446

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER  
Int.Cl<sup>7</sup> C11B7/00, A23D9/00

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

## B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)  
Int.Cl<sup>7</sup> C11B7/00, A23D9/00

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)  
JICST FILE (JOIS), SHOKUHINKANREN BUNKENJOHO (SHOKUNETTO) (in Japanese)

## C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	DEFFENSE Etienne. Dry fractionation technology in 2000, Eur.J.Lipid Sci.Technol., 2000, Vol.102, No.3, pages 234 to 236	1-15
A	GB 2220672 A (Fuji Oil Co., Ltd.), 17 January, 1990 (17.01.90), Claims & US 5045243 A & JP 2-14290 A	1-15
A	WO 96/5279 A1 (QUEST INTERNATIONAL B.V.), 22 February, 1996 (22.02.96), Page 7, example 2 & EP 776357 A1 & US 5874599 A & JP 9-511949 A	1-15

☒ Further documents are listed in the continuation of Box C.

☐ See patent family annex.

* "A" Special categories of cited documents: document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance	"T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention
"E" earlier document but published on or after the international filing date	"X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone
"L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)	"Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art
"O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means	"&" document member of the same patent family
"P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed	

Date of the actual completion of the international search  
05 January, 2004 (05.01.04)

Date of mailing of the international search report  
20 January, 2004 (20.01.04)

Name and mailing address of the ISA/  
Japanese Patent Office

Authorized officer

Facsimile No.

Telephone No.

# INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP03/12446

## C (Continuation). DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	EP 63389 A1 (UNILEVER NV.), 27 October, 1982 (27.10.82), Claims & US 4438149 A & JP 57-177650 A	1-15
A	US 5556972 A (Van den Bergh Foods Co., Division of Conopco, Inc.), 17 September, 1996 (17.09.96), Claims & EP 399597 A1 & GB 8911819 A & JP 3-41195 A	1-15
A	HASHIMOTO et al., Preparation of Sharp-Melting Hard Palm Midfraction and Its Use as Hard Butter in Chocolate, J.Am.Oil Chem.Soc., 2001, Vol.78, No.5, pages 455 to 460	1-15
A	DEFFENSE Etienne.Dry multiple fractionation: trends in products and applications, Lipid Technology, 1995, Vol.7, No.2, pages 34 to 38	1-15

A. 発明の属する分野の分類 (国際特許分類 (IPC))  
Int. Cl<sup>7</sup> C11B7/00, A23D9/00

## B. 調査を行った分野

調査を行った最小限資料 (国際特許分類 (IPC))  
Int. Cl<sup>7</sup> C11B7/00, A23D9/00

最小限資料以外の資料で調査を行った分野に含まれるもの

国際調査で使用した電子データベース (データベースの名称、調査に使用した用語)

JICSTファイル (JOIS), 食品関連文献情報 (食ネット)

## C. 関連すると認められる文献

引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求の範囲の番号
A	DEFFENSE Etienne. Dry fractionation technology in 2000, Eur. J. Lipid Sci. Technol., 2000, Vol. 102, No. 3, p. 234-236	1-15
A	GB 2220672 A (Fuji Oil Company Limited) 1990.01.17, 特許請求の範囲&US 5045243 A&JP 2-14290 A	1-15
A	WO 96/5279 A1 (QUEST INTERNATIONAL B.V.) 1996.02.22, 第7頁実施例2&EP 776357 A1&US 5874599 A&JP 9-511949 A	1-15

☒ C欄の続きにも文献が列挙されている。

☐ パテントファミリーに関する別紙を参照。

## \* 引用文献のカテゴリー

「A」 特に関連のある文献ではなく、一般的技術水準を示すもの  
「E」 国際出願日前の出願または特許であるが、国際出願日以後に公表されたもの  
「L」 優先権主張に疑義を提起する文献又は他の文献の発行日若しくは他の特別な理由を確立するために引用する文献 (理由を付す)  
「O」 口頭による開示、使用、展示等に言及する文献  
「P」 国際出願日前で、かつ優先権の主張の基礎となる出願

の日の後に公表された文献

「T」 国際出願日又は優先日後に公表された文献であって出願と矛盾するものではなく、発明の原理又は理論の理解のために引用するもの

「X」 特に関連のある文献であって、当該文献のみで発明の新規性又は進歩性がないと考えられるもの

「Y」 特に関連のある文献であって、当該文献と他の1以上の文献との、当業者にとって自明である組合せによって進歩性がないと考えられるもの

「&」 同一パテントファミリー文献

国際調査を完了した日

05.01.2004

国際調査報告の発送日

20.1.2004

国際調査機関の名称及びあて先

日本国特許庁 (ISA/JP)

郵便番号100-8915

東京都千代田区霞が関三丁目4番3号

特許庁審査官 (権限のある職員)

近藤 政 克

4V

9734

電話番号 03-3581-1101 内線 3483



## C (続き) . 関連すると認められる文献

引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求の範囲の番号
A	EP 63389 A1 (UNILEVER NV) 1982. 10. 27, 特許請求の範囲&US 4438149 A&JP 57-177650 A	1-15
A	US 5556972 A (Van den Bergh Foods Co., Division of Conopco, Inc.) 1996. 09. 17, 特許請求の範囲&EP 399597 A1&GB 8911819 A&JP 3-41195 A	1-15
A	HASHIMOTO et al. Preparation of Sharp-Melting Hard Palm Midfraction and Its Use as Hard Butter in Chocolate, J. Am. Oil Chem. Soc., 2001, Vol. 78, No. 5, p. 455-460	1-15
A	DEFFENSE Etienne. Dry multiple fractionation: trends in products and applications, Lipid Technology, 1995, Vol. 7, No. 2, p. 34-38	1-15